

r a n d o m試料の得られないT i t a n i u mのODF解析

2021年07月29日

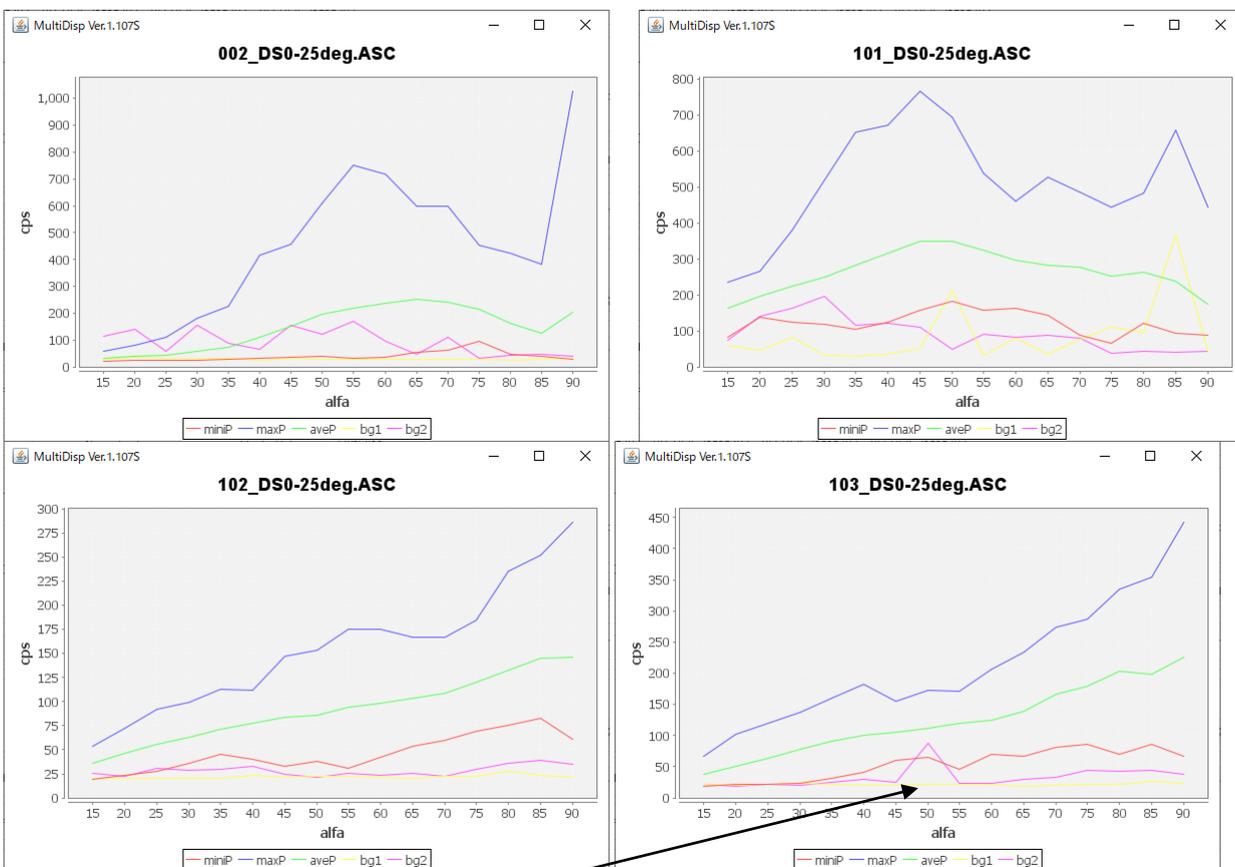
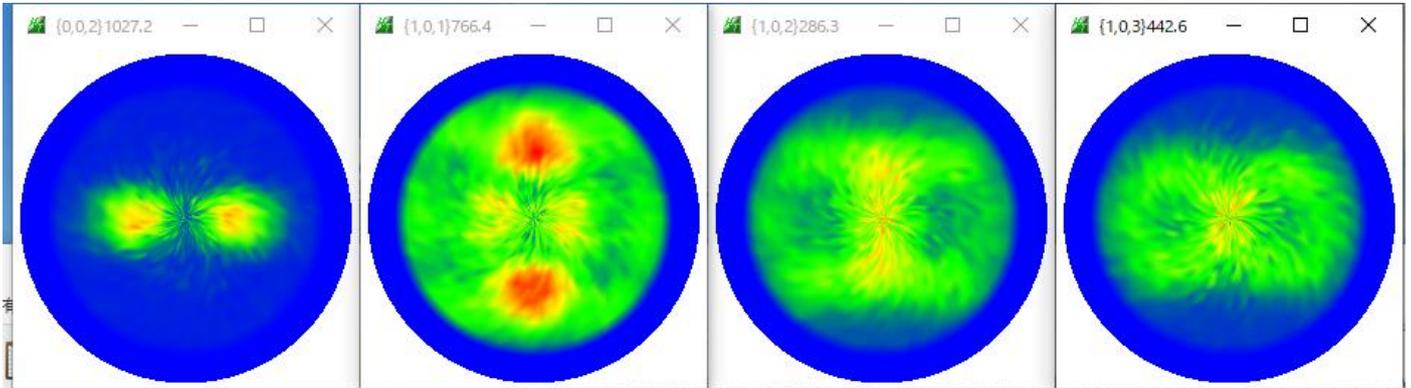
*HelperTex Office*

## 1. 概要

XRDによる極点測定ではdefocusが発生する。このdefocus補正はrandom試料を用いて補正を行うが、完全なrandom試料は得難い。あるいは、3ミクロン程度の粉末試料を用いる。本資料では、defocus補正を行わないでODF解析を行い、得られた再計算極点図と入力極点図からdefocus曲線を作成し、defocus補正を行う手法でODF解析を行う。

この方法では、入力極点図と再計算極点図から計算されるRp%とrandomレベルが重要である。

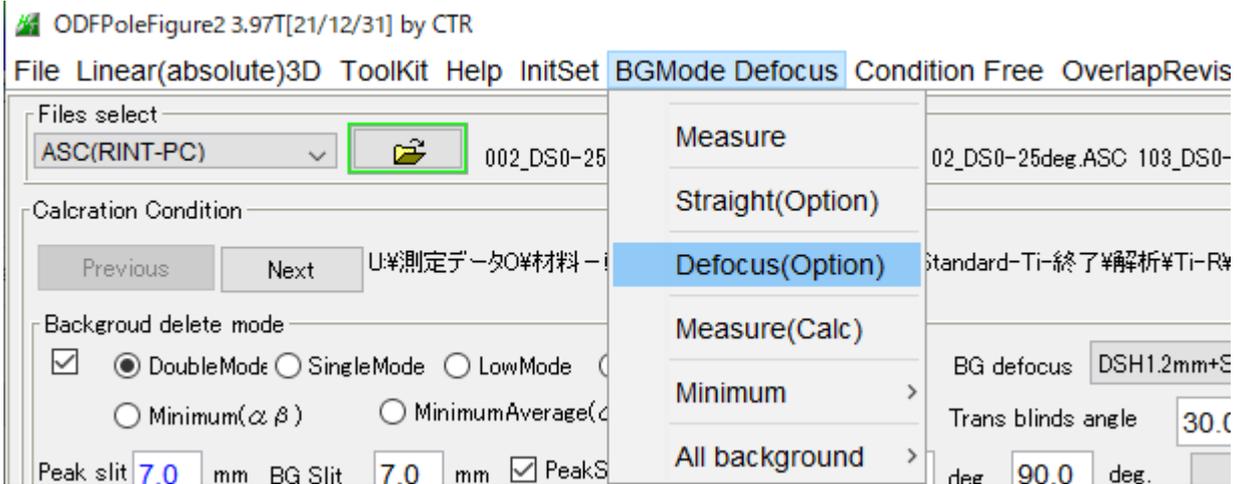
## 2. 入力極点図



データが粗い、更にバックグラウンドが凸凹しているのでバックグラウンドの平滑化を行う。

データの平滑化も行う。

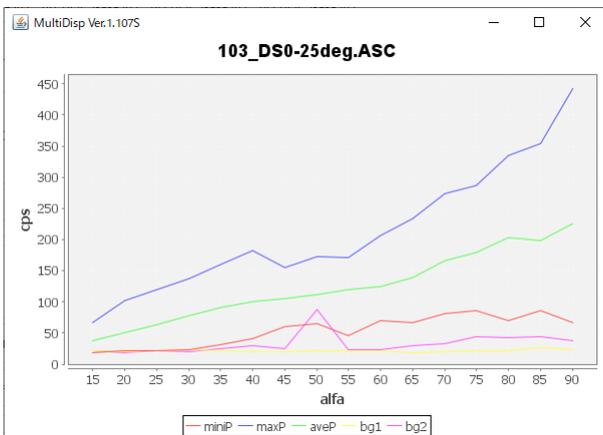
### 3. バックグラウンドの平滑化



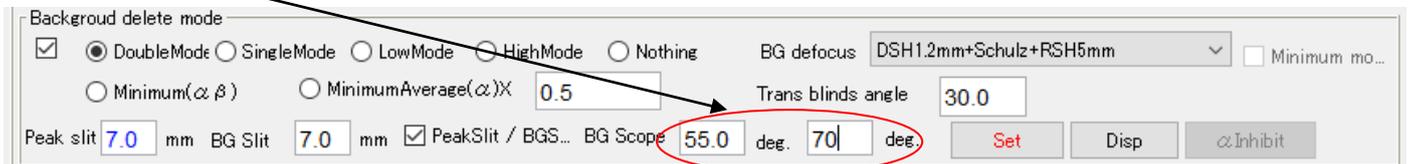
バックグラウンドモードは通常測定データ (Measure) を用いるが、バックグラウンドの状態によりモード変更を行う。

以下にDefocusモードを説明する。

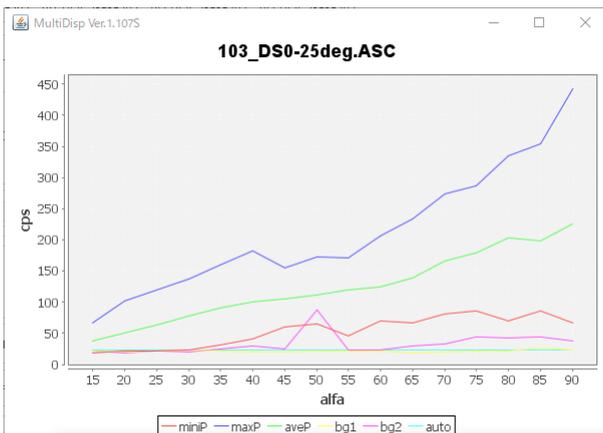
{103} 極点図では、 $\alpha$  (45 → 55) に盛り上がりが発生している



$\alpha$  (55 → 70) で平均値を算出し、バックグラウンドのdefocus曲線で補完します。

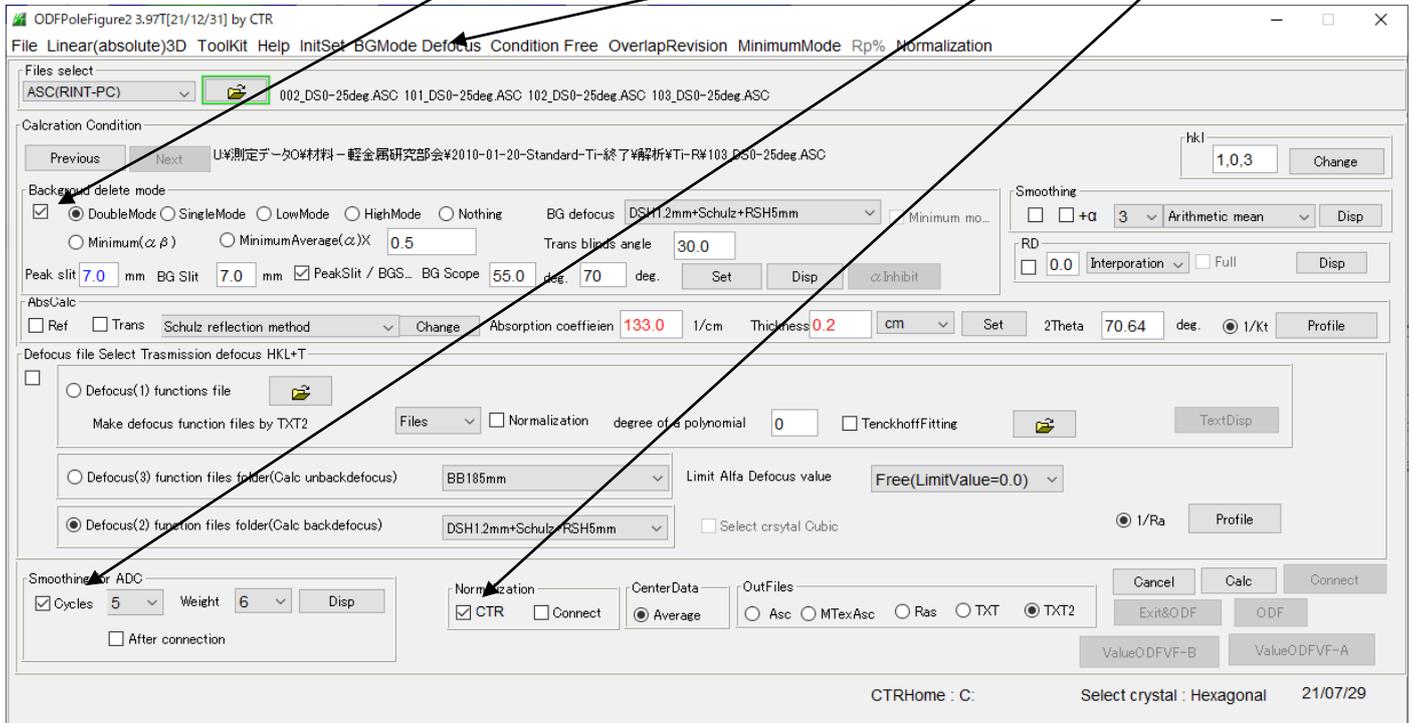


Setの赤色を押し、Dispすると水色の補完バックグラウンドを表示します。

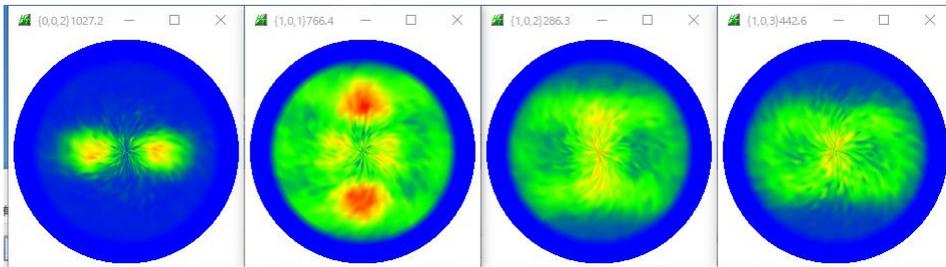


このsetは各々の極点図で別々に指定します。

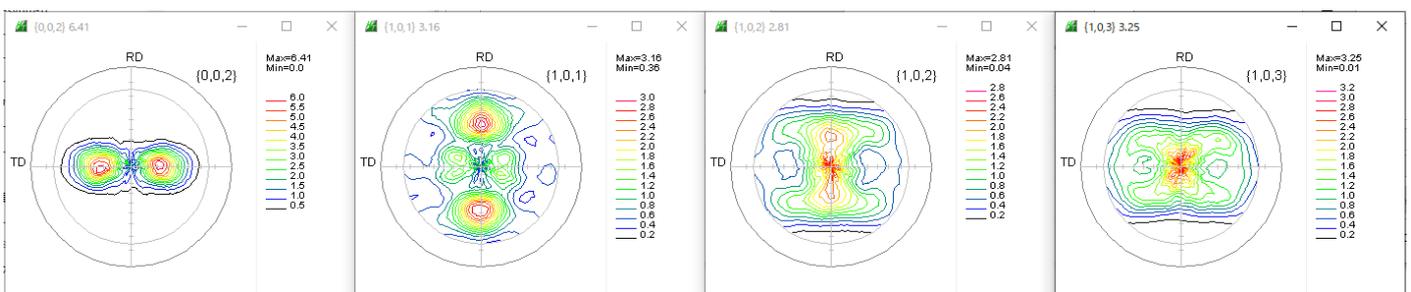
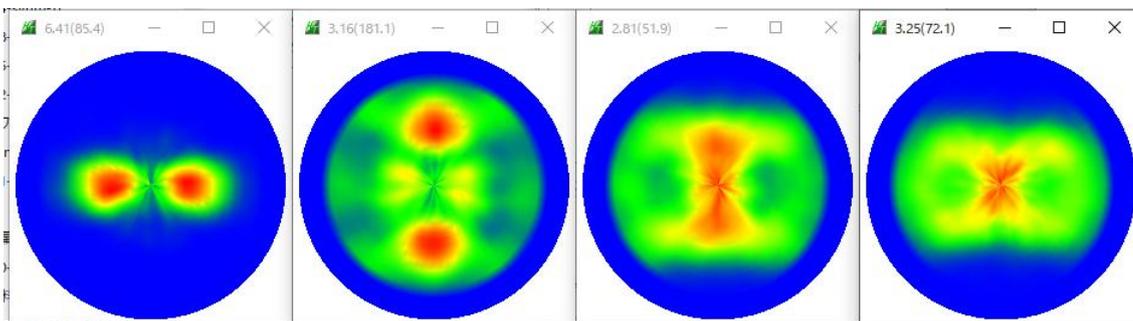
#### 4. 極点データ処理 (バックグラウンド削除 (BG Mode = Defocus)、平滑化、規格化)



補正前



処理後



## 5. ODF入力データ

PFtoODF3 8.52T[21/12/31] by CTR

File Option Symmetric Software Data Help

Lattice constant

Material Titanium-alpha.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenfiles) cif 11 - D6 (hexagonal)

a 1.0 <=b 1.0 <=c 1.5885 alpha 90.0 beta 90.0 gamm 120.0

Initialize Start

getHKL<-Filename

AllFileSelect

PF Holder  
U:\測定データ\材料-軽金属研究部会\2010-01-20-Standard-Ti-終了\解析\Ti-R

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
002_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	0,0,2	38.4	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
101_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	1,0,1	40.14	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
102_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	1,0,2	52.98	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
103_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	1,0,3	70.64	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

Comment 002\_DS0-25deg\_chB02A56CAS\_2.TXT 101\_DS0-25deg\_chB02A56CAS\_2.TXT 102\_DS0-25deg\_chB02A56CAS\_2.TXT 1

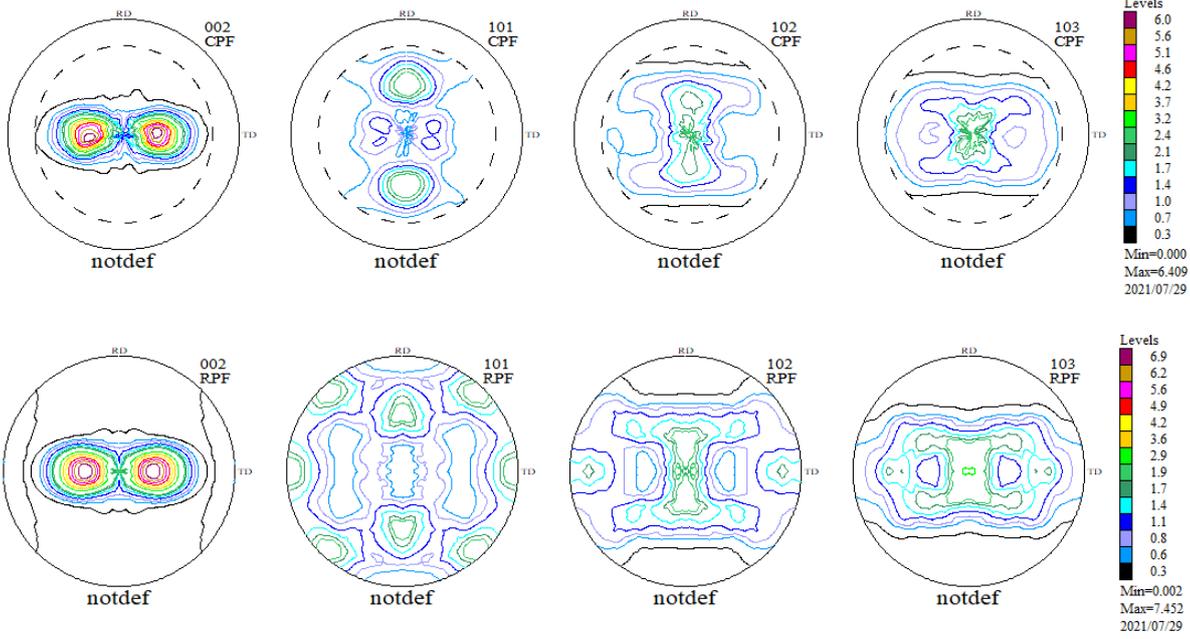
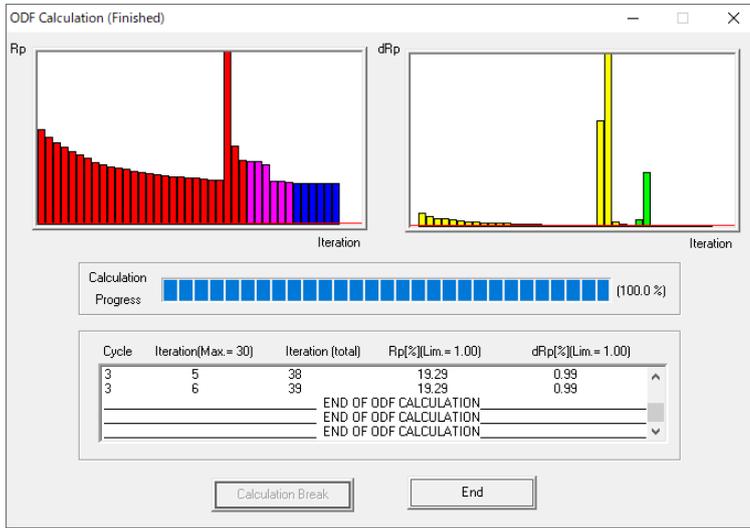
Symmetric type Full

CenterData  
 Average

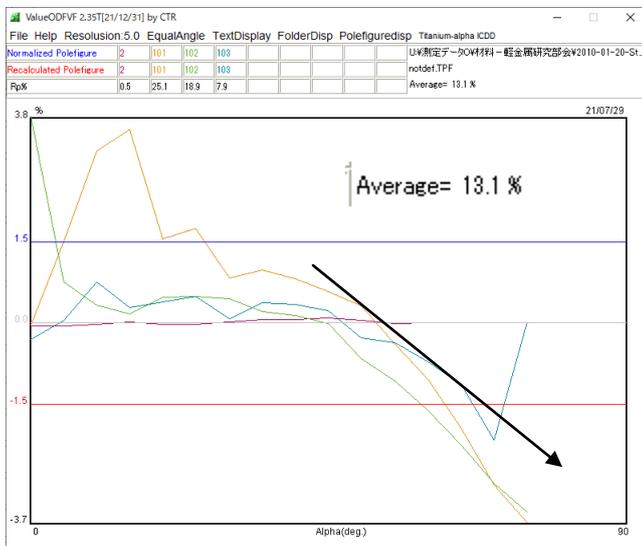
Epf file save

Labotex(EPF),popLA(RAW) filename  
notdef

## 6. ODF解析 (LaboTex)

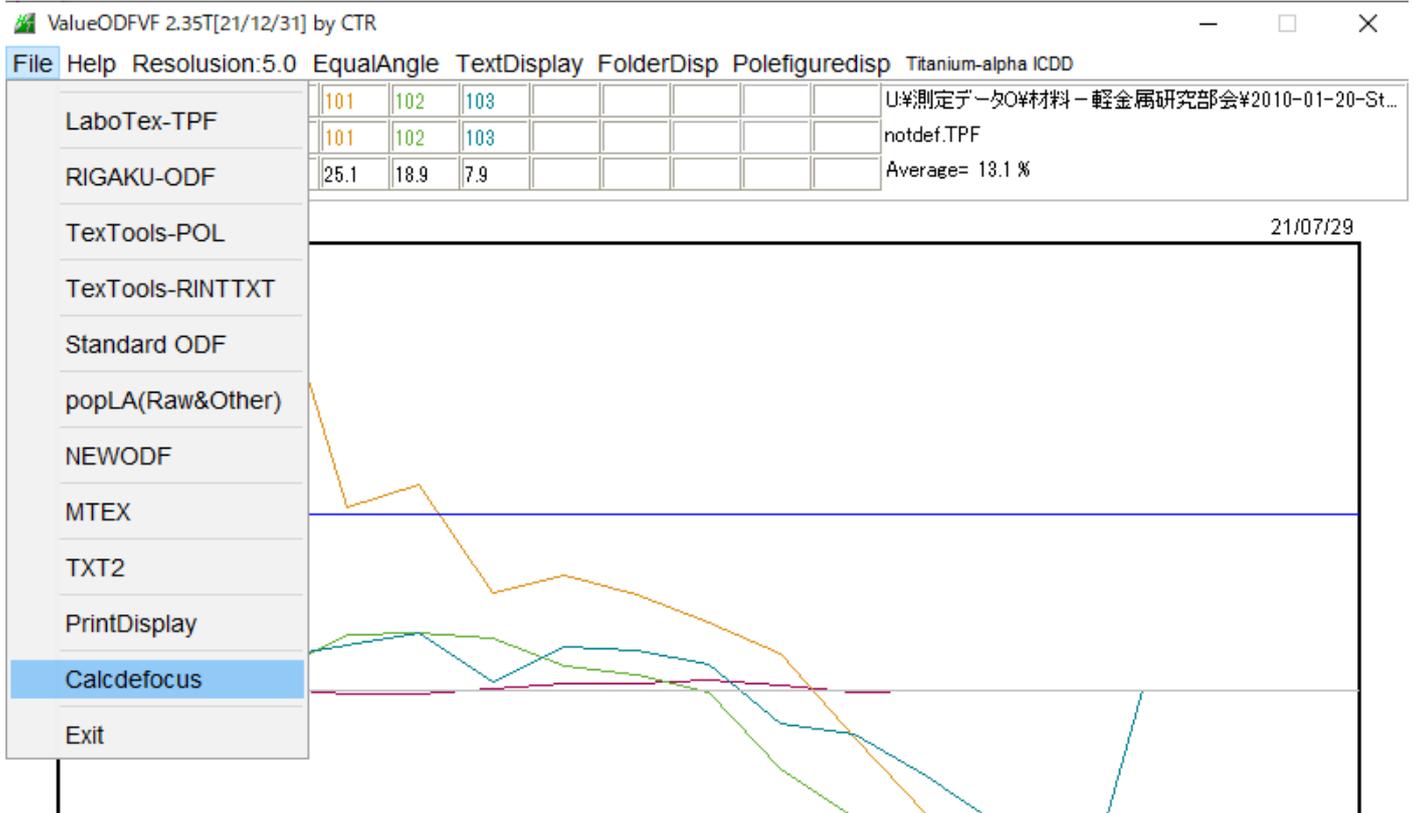


極点図をExportしてRp%評価

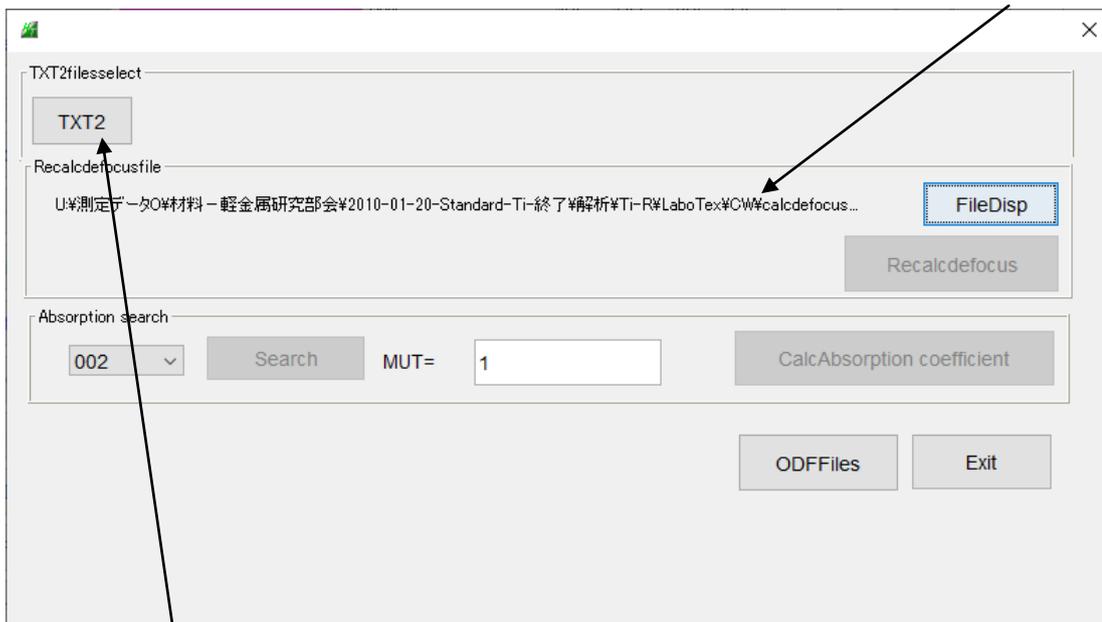


defocusの影響

## 7. ValueODFVFによるdefocus曲線作成とdefocus補正

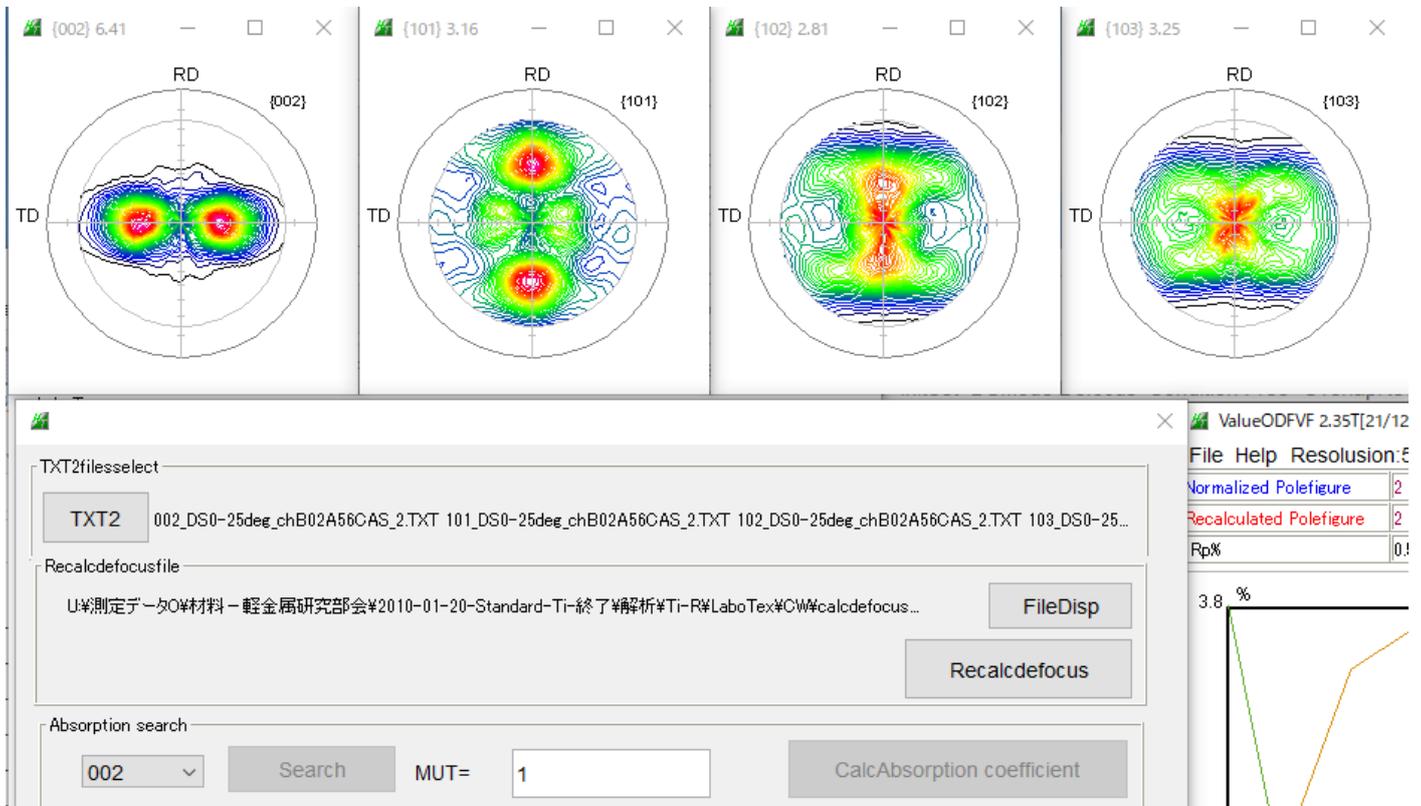


ODF への入力極点図と再計算極点図から defocus 曲線が作成されています

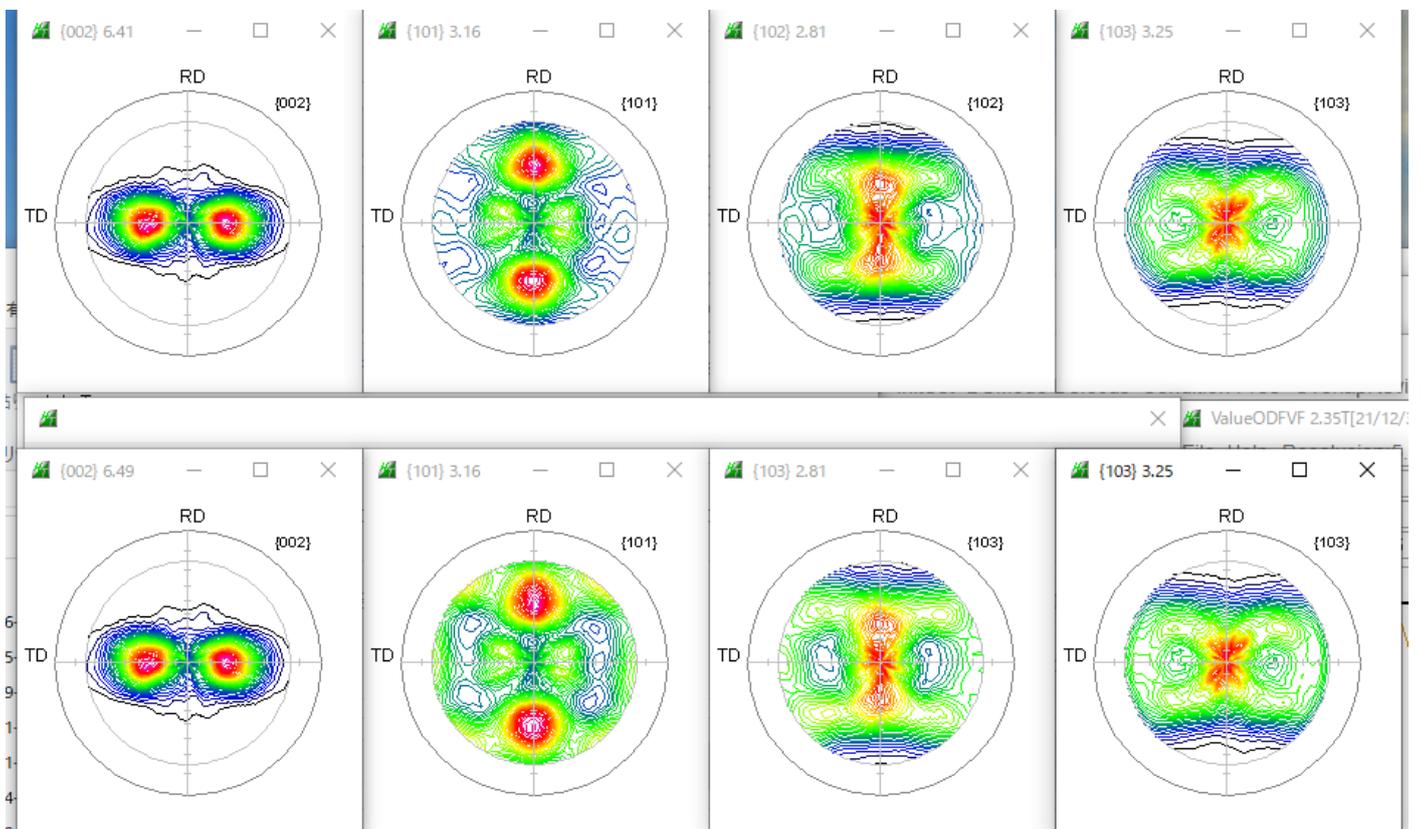


入力極点図を選択

選択極点図が表示されます。



defocus補正を行う。



{101} を比較すると、下段のdefocus補正極点図の外周部分が強調されています。

ODFfilesでODF入力データを再作成

## 8. ODF入力データ

PFtoODF3 8.52T[21/12/31] by CTR

File Option Symmetric Software Data Help

Lattice constant

Material Titanium-alpha.txt

Structure Code(Symmetries after Schoenfiles) cif 11 - D6 (hexagonal)

a 1.0 <=b 1.0 <=c 1.5885 alpha 90.0 beta 90.0 gamm 120.0

Initialize

Start

getHKL<-Filename

 AllFileSelect

PF Holder

U:\測定データ\材料-軽金属研究部会\2010-01-20-Standard-Ti-終了\解析\Ti-R\LaboTex\CW\calcd\efocus\Newdata

PF Data

SelectFile(TXT(b,intens),TXT2(a,b,intens))	h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
 002_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	0,0,2	0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
 101_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	1,0,1	0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
 102_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	1,0,2	0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
 103_DS0-25deg_chB02A56CAS_2.TXT	1,0,3	0	0.0->75.0	0.0	75.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

Comment 002\_DS0-25deg\_chB02A56CAS\_2.TXT 101\_DS0-25deg\_chB02A56CAS\_2.TXT 102\_DS0-25deg\_chB02A56CAS\_2.TXT 1

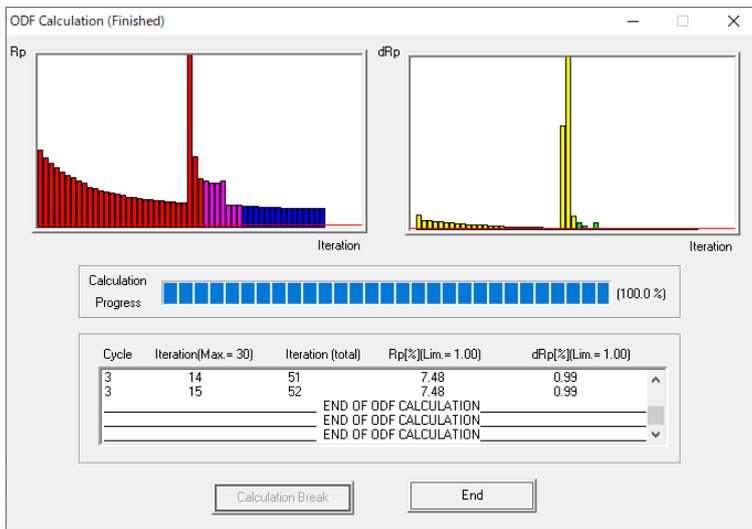
Symmetric type Full

CenterData  Average

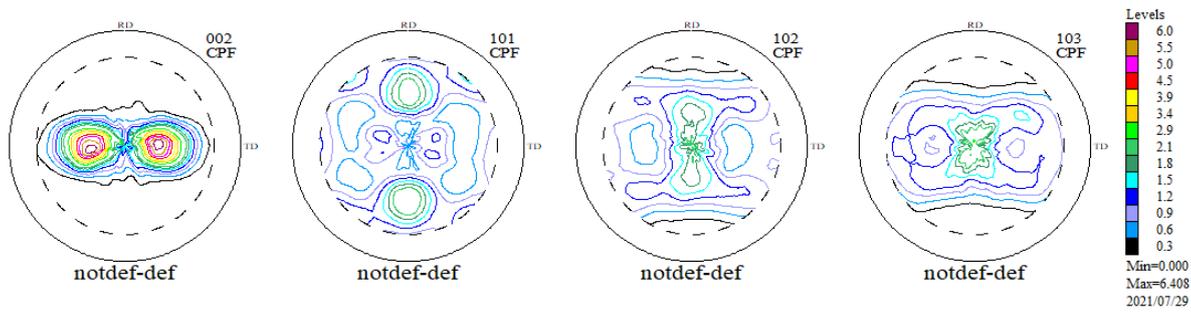
Epf file save

Labotex(EPF),popLA(RAW) filename notdef-def

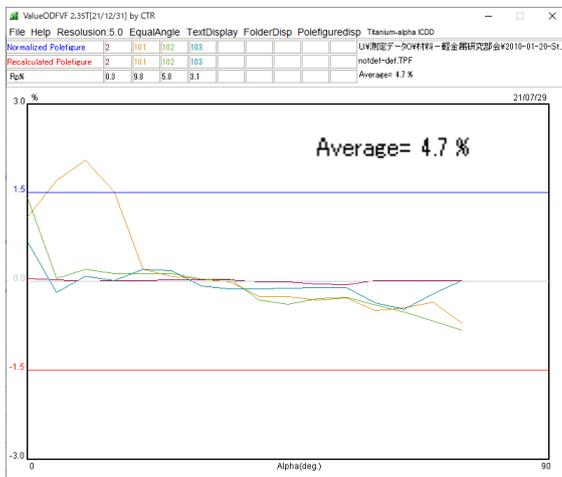
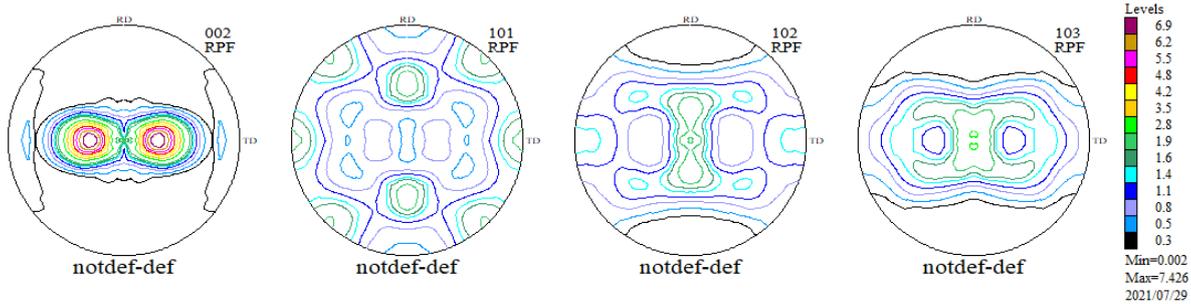
## 9. defocus 補正データによるODF解析



入力データ

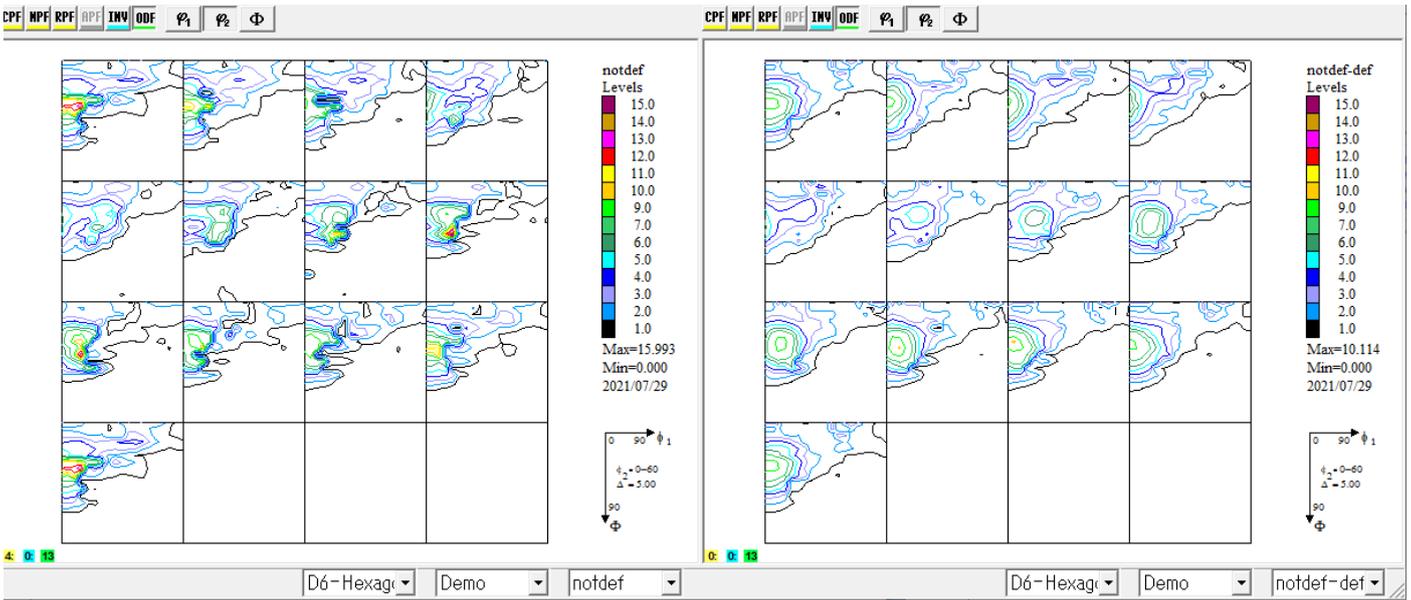


再計算極点図

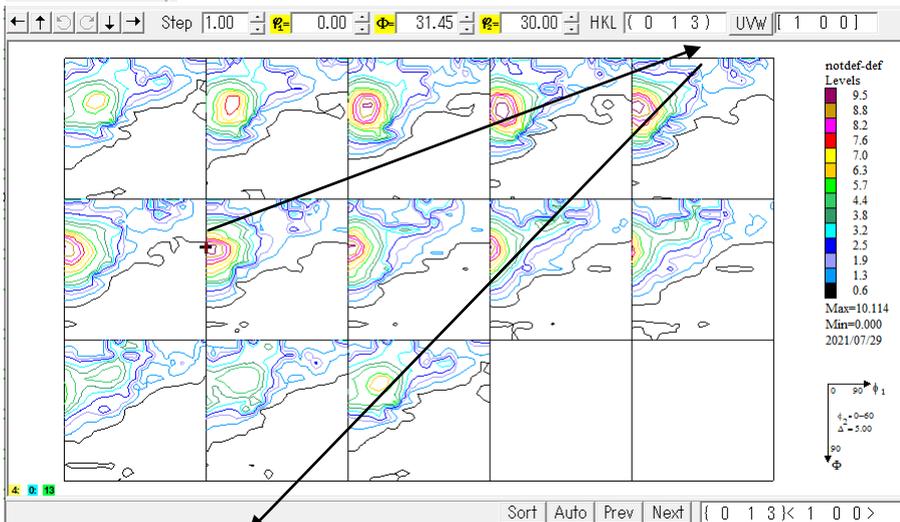
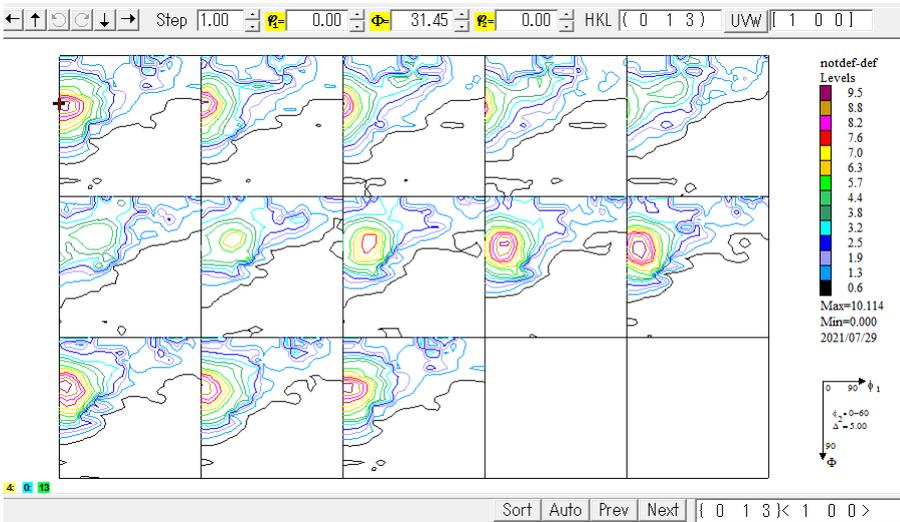


R p %が 1 3 . 1 %から 4 . 7 %に改善されました。

# 10. ODF比較



Min i = 0.00でrandom成分を含まないODFが得られています。



{0 1 3} <1 0 0>の主方位が得られています。

# 1.1. Volume Fraction 計算

## 1.1.1 主方位のみで計算

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Demo Sample: notdef-def Job:1

Crystal Symmetry:  $D_6$  (Hexagonal) | Sample Symmetry: Orthorhombic | Grid Cells for Output ODF: 5.0\*5.0 | Step: 0.50 | Diagram Range +/-: 45.0

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM $\phi_1$	FWHM $\phi_2$	FWHM $\phi_3$	Volume Fraction
1	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	45.0	34.3	45.0	66 %
2	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	49 %
3	{ 0 2 5 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	24 %
4	{ 0., 35.26, 45. }	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	30 %
5	{ 0., 25.24, 45. }	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	16 %
6	{ 0 1 2 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	14 %
7	{ 15.23, 47.12, 68.20 }	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	9 %
8	{ -1 2 4 } < 2 1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	7 %
9	{ -1 2 5 } < 2 1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	5 %
10	{ 0 0 1 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	4 %
Max. Linearity							Background 34 %

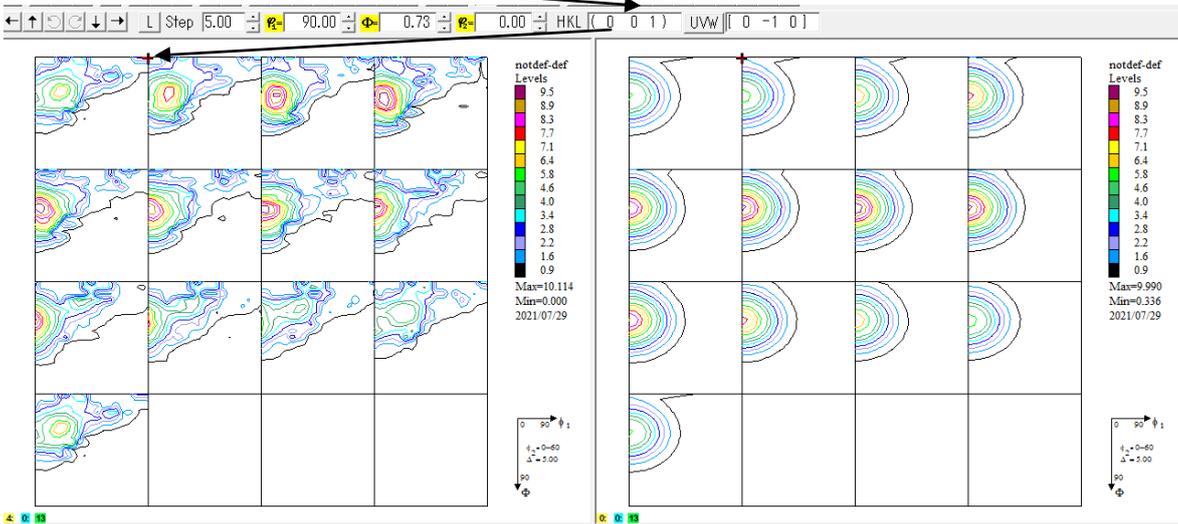
Calculation Mode:  Automatic  Manual

Max. Iteration Number: 1,000 | Max. Fit Error % (\*1000): 100 | Iteration: 142 | Fit Error% (\*1000): 46238

Fit Calculation Progress:

Buttons: Change Initial Parameters | Fix Angles | Fix Fractions | Start Volume Fraction Calculation | View Report | Exit and Show | Exit

## 副方位の指定



# 1 1. 2 主方位、副方位による計算

Quantitative Analysis - Model Functions Method - Project: Demo Sample: notdef-def Job:1

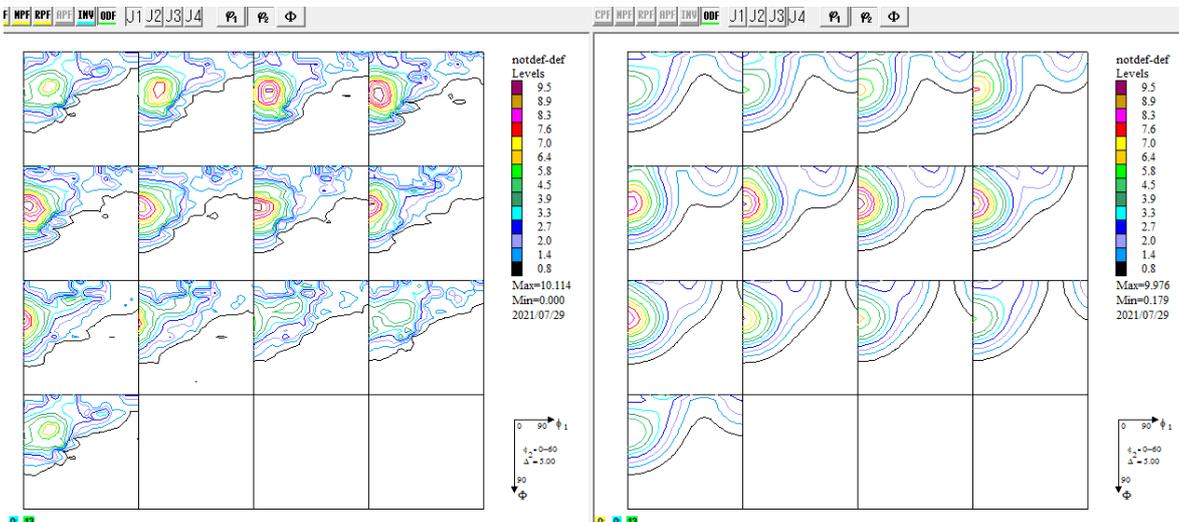
Crystal Symmetry: **D<sub>6h</sub>** (Hexagonal) | Sample Symmetry: Orthorhombic | Grid Cells for Output ODF: 5.0\*5.0 | Step: 0.50 | Diagram Range +/-: 45.0

No	Texture Component	On	Distribution	FWHM $\phi_1$	FWHM $\phi$	FWHM $\phi_2$	Volume Fraction	Show Sym. Eq.	
1	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	45.0	32.7	45.0	66 %	{ 0 1 3 } < 1 0 0 >	
2	{ 0 0 1 } < 1 0 0 >	<input checked="" type="checkbox"/>	Gauss	37.6	45.0	24.5	17 %		
3	{ 0 2 5 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	12 %		
4	{ 0., 35.26, 45. }	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	14 %		
5	{ 0., 25.24, 45. }	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	15 %		
6	{ 0 1 2 } < 1 0 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	18 %		
7	{ 1 1 6 } < 2 -8 1 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	20 %		
8	{ 15.23, 47.12, 68.20 }	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	19 %		
9	{ -1 2 4 } < 2 1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	20 %		
10	{ -1 2 5 } < 2 1 0 >	<input type="checkbox"/>	Gauss	10.0	10.0	10.0	22 %		
							Background	17 %	

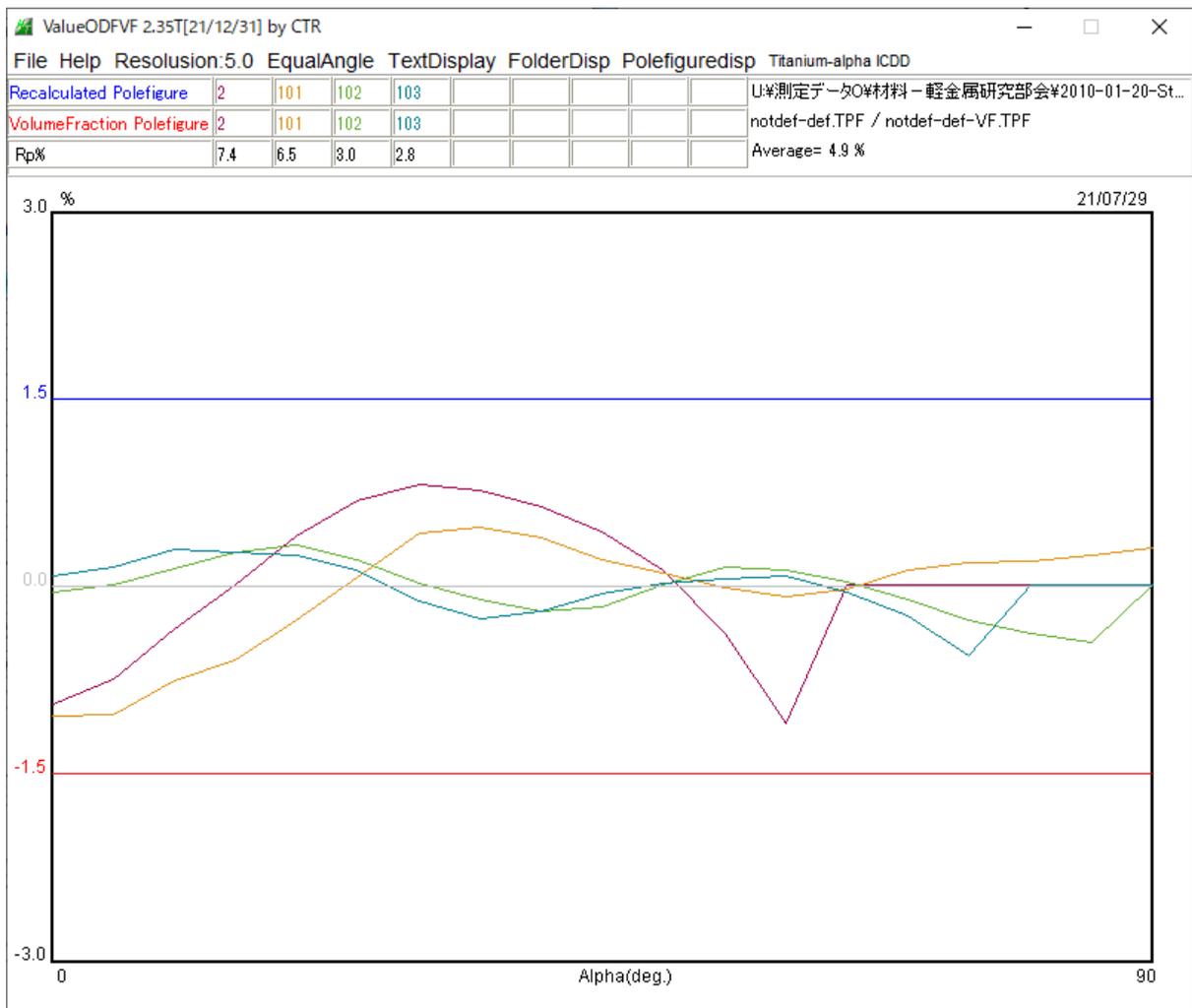
Max. Linearity | Orientation Set: Set from Database (sort by) | Save Current Set

Calculation Mode:  Automatic  Manual  
 Max. Iteration Number: 1,000  
 Max. Fit Error % (\*1000): 100  
 Iteration: 168  
 Fit Error% (\*1000): 35930  
 Fit Calculation Progress:

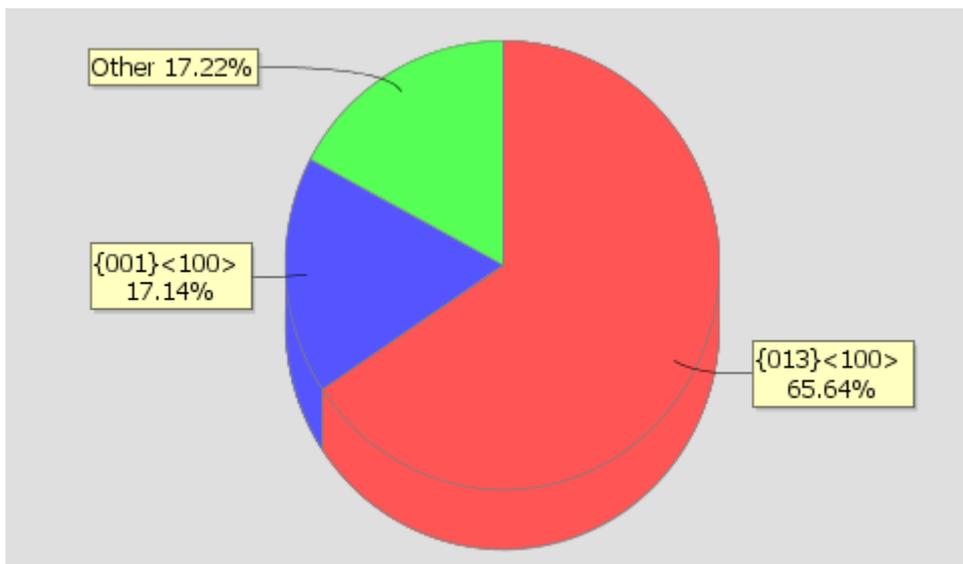
Change Initial Parameters | Fix Angles | Fix Fractions | Start Volume Fraction Calculation | View Report | Exit and Show | Exit



### 1 1 . 3 主方位、副方位による R p % 評価



R p % = 4.9% として、十分に評価できる結果が得られます。



O t h e r には、その他の方位が含まれています。